

# 质量控制报告

Quality control report

项目名称 东睦新材料集团股份有限公司环境检测

委托单位 东睦新材料集团股份有限公司

浙江信捷检测技术有限公司



# 一、质量控制概述

## 1、质量控制体系

《东睦新材料集团股份有限公司环境检测》项目（以下简称“本项目”）在整个污染场地调查、采样、现场检测和实验室检测分析过程中，本公司针对影响检测结果的不确定因素（如检测人员、仪器设备、标准物质、检测方法、样品和环境条件等），进行了严格的质量控制，并建立了一套质量保证体系，详见下图。

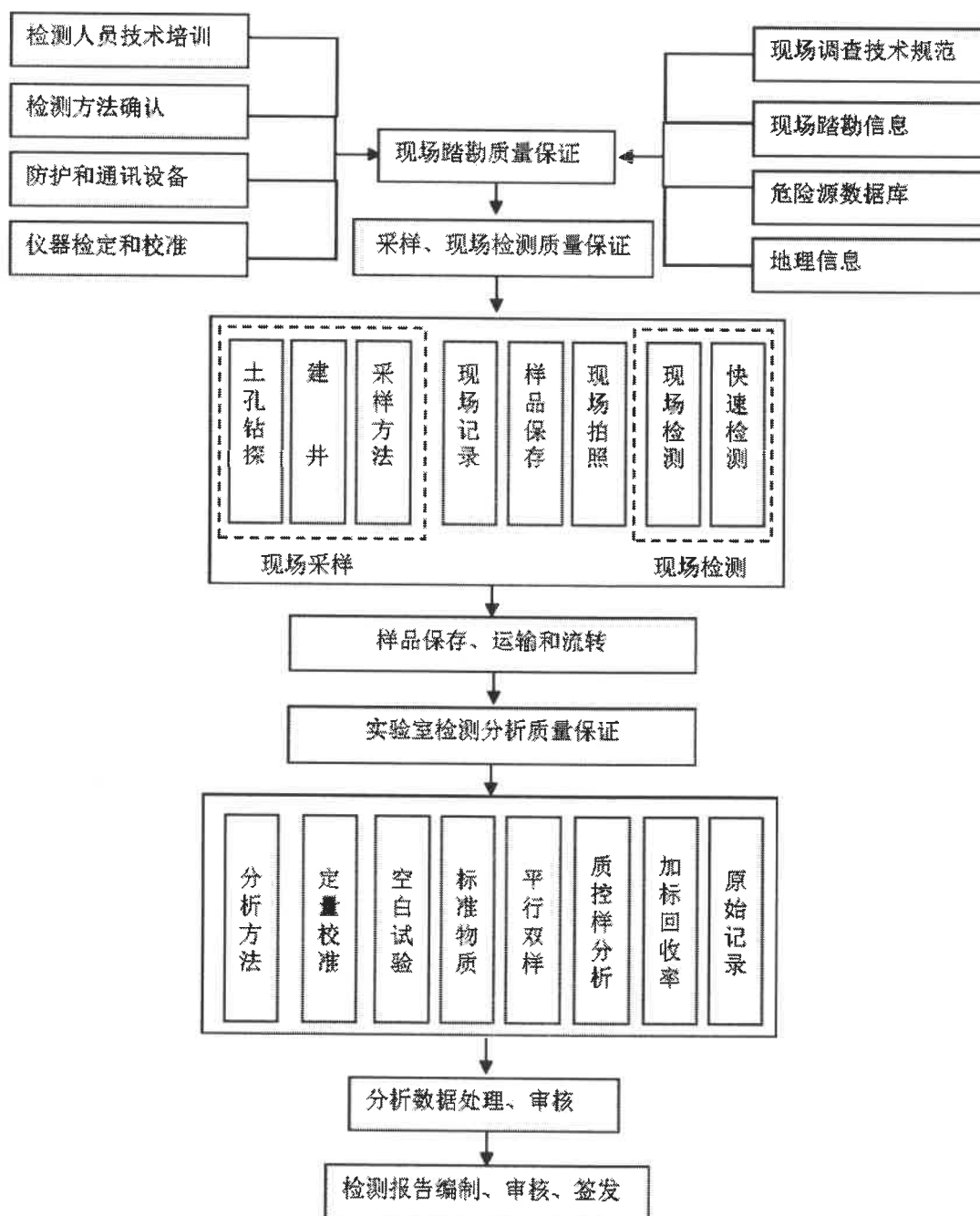


图 1 质量控制体系

## 2、项目概述

本项目中土壤、地下水样品的采集与实验室检测工作由浙江信捷检测技术有限公司承担。

采样日期：2020年11月2日、2020年11月26日

采集样品数量：共采集6个土壤点位，3个地下水点位，土壤样品共计24份，地下水样品共计3份。

采集质控样品数量：共采集3个土壤现场平行样，1份地下水现场平行样；1组运输空白、全程序空白样和仪器空白样。

土壤检测日期：2020年11月2日~2020年11月16日

地下水检测日期：2020年11月26日~2020年11月29日

检测项目见下表。

表 1 检测项目汇总表

类别	检测项目	点位号
土壤	土壤 45 项、石油烃 (C <sub>10</sub> -C <sub>40</sub> )	GT1- GT6
地下水	K <sup>+</sup> 、Na <sup>+</sup> 、Ca <sup>2+</sup> 、Mg <sup>2+</sup> 、CO <sub>3</sub> <sup>2-</sup> 、HCO <sub>3</sub> <sup>-</sup> 、Cl <sup>-</sup> 、SO <sub>4</sub> <sup>2-</sup> ；pH、氨氮、硝酸盐、亚硝酸盐、挥发性酚类、总硬度、溶解性总固体、高锰酸盐指数、石油类、铅、六价铬、镉、汞、砷、铁。	XS1-XS3

## 二、 采样及现场检测

### 1、现场采样概述

本项目现场土壤、地下水采样按照《建设用地土壤污染状况调查技术导则》(HJ 25.1-2019)、《建设用地土壤污染风险管控和修复监测技术导则》(HJ 25.2-2019)、《土壤环境监测技术规范》(HJ/T 166-2004)、《地下水环境监测技术规范》(HJ/T 164-2004)、《建设用地土壤污染风险管控标准(试行)》(GB 36600-2018)、《地块土壤和地下水中挥发性有机物采样技术导则》(HJ

---

1019-2019)、《重点行业企业用地调查样品采集保存和流转技术规定(试行)》、《重点行业企业用地调查质量保证与质量控制技术规定(试行)》(环办土壤函[2017]1896号,环境保护部办公厅2017年12月7日印发)和《地下水质量标准》(GB/T 14848-2017)等相关标准执行。现场采样过程主要包括钻探采样前的现场踏勘、钻探与样品采集、现场检测和现场记录四个方面。

钻探与样品采集是现场工作的核心部分。本次土壤钻探采用PP9410VTR型钻机;地下水监测井设立采用PP9410VTR型钻机自带系统进行。本项目在委托单位是指定位置与深度处采集土壤、地下水样品并正确标记与保存。

## 1.1 土壤采样要求

### (1) 样品采集操作

重金属样品采集采用竹刀,挥发性有机物用VOCs取样器(非扰动采样器),非挥发性和半挥发性有机物采用不锈钢药匙。为避免扰动的影响,由浅及深逐一取样。采样管密封后,在标签纸上记录样品编号、采样日期等信息,贴到样采样管上,随即放入现场带有冷冻蓝冰的样品箱内进行临时保存。含挥发性有机物的样品要优先采集、单独采集、不得均质化处理、不得采集混合样、应采集双份。土壤样品按下表进行取样、分装,并贴上样品标签。

### (2) 土壤现场平行样采集

根据要求,土壤现场平行样不少于地块总样品数的10%,本项目采集3个土壤平行样,平行样在土样同一位置采集,两者检测项目和检测方法应一致,在采样记录单中标注平行样编号及对应的土壤样品编号。

### (3) 土壤样品采集拍照

土壤样品采集过程针对采样工具、采集位置、取样过程、样品信息编号、现场快速检测仪器使用等关键信息拍照记录。在样品采集过程中,现场采样人员及时记录土壤样品现场观测情况,包括深度,土壤类型、颜色和气味等表观性状。

### (4) 其他要求

土壤采样过程中做好人员安全和健康防护,佩戴安全帽和一次性的口罩、手套,严禁用手直接采集土样,使用后废弃的个人防护用品统一收集处置;采样前后对采样器进行除污和清洗,不同土壤样品采集应更换手套,避免交叉污染。

本项目采样人员均佩戴一次性防护手套,不同采样点取样及对每个采样点的

---

不同采样深度取样时更换手套。

## 1.2 地下水采样要求

### (1) 样品采集操作

采样洗井达到要求后，测量并记录水位——监测井井管顶端到稳定地下水水位间的距离（即地下水水位埋深）。若地下水水位变化小于10 cm，则可以立即采样；若地下水水位变化超过10 cm，应待地下水水位再次稳定后采样，若地下水回补速度较慢，原则上应在洗井后2 h 内完成地下水采样。

对于未添加保护剂的样品瓶，地下水采样前需用待采集水样润洗2~3 次。

使用贝勒管进行地下水样品采集时，缓慢沉降或提升贝勒管。取出后，通过调节贝勒管下端出水阀，使水样沿瓶壁缓缓流入瓶中，直至在瓶口形成一向上弯月面，旋紧瓶盖，避免采样瓶中存在顶空和气泡。

地下水装入样品瓶后，记录样品编号、采样日期和采样人员等信息，贴到样品瓶上。

地下水采集完成后，样品瓶用泡沫塑料袋包裹，并立即放入现场装有冷冻蓝冰的样品箱内保存，装箱用泡沫塑料等分隔以防破损。

取水使用一次性贝勒管，一井一管，尽量避免贝勒管的晃动对地下水的扰动。本项目坚持“一井一管”的原则，避免交叉污染。

使用非一次性的地下水采样设备，在采样前后需对采样设备进行清洗，清洗过程中产生的废水，应集中收集处置。

地下水采样时根据《地下水环境监测技术规范》（HJ/T 164-2004）、《地块土壤和地下水中挥发性有机物采样技术导则》（HJ 1019-2019）的要求采集，不同的分析指标分别取样，保存于不同的容器中，并根据不同的分析指标在水样中加入相应的保存剂。

水样采集后立即置于放有蓝冰的保温箱内（约 4℃以下）避光保存。

### (2) 地下水平行样采集要求

地下水平行样应不少于地块总样品数的10%，每个地块至少采集1份。本项目共采集1份地下水平行样。

### (3) 空白样品

每批次采样均带入全程序空白样品，本项目共形成1组全程序空白样品。

### (4) 其他要求

---

地下水采样过程中做好人员安全和健康防护，佩戴安全帽和一次性的个人防护用品（口罩、手套等），废弃的个人防护用品等垃圾集中收集处置。

## 2、现场质量控制

为了确保采样和现场检测符合技术要求，保证采集样品的代表性、有效性和完整性，有效控制样品运输和流通过程，规范实施现场检测行为，特对现场采样进行一系列的质量控制工作。

### （1）钻孔深度

钻孔深度依据委托单位提供的该地块布点方案确定，为防止潜水层底板被意外钻穿，从以下方面做好预防措施：

①开展调查前，必须收集区域水文地质资料，掌握潜水层和隔水层的分布、埋深、厚度和渗透性等信息，初步确定钻孔安全深度。

②优先选择熟悉当地水文地质条件的钻探单位进行钻探作业。

③钻探全程跟进套管，在接近潜水层底板时采用较小的单次钻深，并密切观察采出岩芯情况，若发现揭露隔水层，应立即停止钻探；若发现已钻穿隔水层，应立即提钻，将钻孔底部至隔水层投入足量止水材料进行封堵、压实，再完成建井。

钻孔结束后，对于不需设立地下水采样井的钻孔应立即封孔并清理恢复作业区地面。

### （2）质量监督员检查

任命具有污染地块调查工作经验、熟悉污染场地调查质量保证与质量控制技术规定的专业技术人员为质量监督员，负责对本项目的采样和现场检测工作进行质量检查。在采样过程中，由业主单位/调查单位的监督员及本公司质量监督员对采样人员在整个采样过程的规范性进行监督和检查，主要包括以下内容：

①采样点检查：采样点是否与布点方案一致，采样点的代表性与合理性、采样位置的正确性等；

②土壤采样方法检查：采样深度及采样过程的规范性；土壤钻孔采样记录单的完整性，通过记录单及现场照片判定钻探设备选择、钻探深度、钻探操作、钻探过程防止交叉污染以及钻孔填充等是否满足相关技术规定要求；

③地下水采样方法检查：采样井建井与洗井记录的完整性，通过记录单及现场照片判定建井材料选择、成井过程、洗井方式等是否满足相关技术规定要求；

---

④采样器具检查：采样器具是否满足采样技术规范要求；

⑤土壤、地下水样品采集：土壤钻孔采样记录单、地下水采样记录单的完整性，通过记录单及现场照片判定样品采集位置、采集设备、采集深度、采集方式（非扰动采样等）是否满足相关技术规定要求；

⑥采样记录检查：样品编号、样点坐标（经纬度）、样品特征（类型、质地、颜色、湿度）、采样点周边信息描述的真实性、完整性等；每个采样点位拍摄的照片是否规范、齐全；

⑦样品检查：样品性状、样品重量、样品数量、样品标签、容器材质、保存条件、固定剂添加、样品防玷污措施、记录表一致性等是否满足相关技术规定要求。

⑧质量控制样品（现场平行样、运输空白样、全程空白样等）的采集、数量是否满足相关技术规定要求。

### （3）现场原始记录

采样过程中，要求正确、完整地填写样品标签和现场原始记录表。

### （4）采样质控

全程序质量控制主要包括：样品运输质量控制、样品流转质量控制、样品保存质量控制、样品制备质量控制和分析方法选定。

本次样品采集，地下水每批次采样均用全程序空白样品进行控制，地下水和土壤样品采集10%以上的平行样品。

采集现场质量控制样是现场采样和实验室质量控制的重要手段，质量控制样包括平行样、空白样和运输样，质控样品的分析数据可从采样到样品运输、贮存和数据分析等不同阶段反映数据质量。

按照《建设用地土壤污染状况调查技术导则》（HJ25.1-2019）的要求，挥发性有机物浓度较高的样品装瓶后应密封在塑料袋中，避免交叉污染，应通过运输空白样来控制运输和保存过程中交叉污染情况。采集土壤样品用于分析挥发性有机物时，每次运输应采集至少一个运输空白样，即从实验室带到采样现场后，又返回实验室的与运输过程有关，并与分析无关的样品，以便了解运输途中是否受到污染和样品是否损失。

挥发性有机物等样品分析时，通常要做全程空白试验，以便了解样品采集与流转过程中可能存在沾污情况。每批样品至少做一个全程空白样，全程空白应低

---

于测定下限（方法检出限的4倍）。本项目一个样品运送批次设置一组全程序空白、运输空白、仪器空白样品进行质量控制。本项目采样期间空白试验测定结果均低于方法检出限，表明采样及分析测试期间不存在污染现象。

综上所述，本项目现场采样、检测均按照《土壤环境监测技术规范》（HJ/T 166-2004）、《地下水环境监测技术规范》（HJ/T 164-2004）、《地块土壤和地下水中挥发性有机物采样技术导则》（HJ 1019-2019）和《地下水质量标准》（GB/T 14848-2017）进行，现场采样、样品保存和流转均符合技术规范要求，本项目现场采样规范，现场检测准确、可靠。

### 三、样品保存、运输和流转

#### 1、样品保存、运输和流转概述

土壤、地下水的样品保存、运输和流转按照《建设用地土壤污染风险管控和修复 监测技术导则》（HJ 25.2-2019）、《土壤环境监测技术规范》（HJ/T 166-2004）、《地下水环境监测技术规范》（HJ/T 164-2004）、《地块土壤和地下水中挥发性有机物采样技术导则》（HJ 1019-2019）及《重点行业企业用地调查样品采集保存和流转技术规定（试行）》（环办土壤函[2017]1896号，环境保护部办公厅2017年12月7日印发）等标准规范的要求执行。

采集的土壤、地下水样品瓶立即放入冷藏箱进行低温保存，当天送回实验室分析。采集样品设有专门的样品保管人员进行监督管理，负责样品的转移、封装、运输、交接、记录等。在现场样品装入采样器皿后，立即转移至冷藏箱低温保存，保持箱体密封，由专人负责将各个采样点的样品运送至集中运输样品储存点，放入集中储存点的冷藏箱内4℃以下保存。待所有样品采集完成后，样品仍低温保存在冷藏箱中，内置蓝冰，以保证足够的冷量，由专人负责尽快将样品送至分析实验室进行分析测试。

样品采集、保存和流转工作程序见下图。



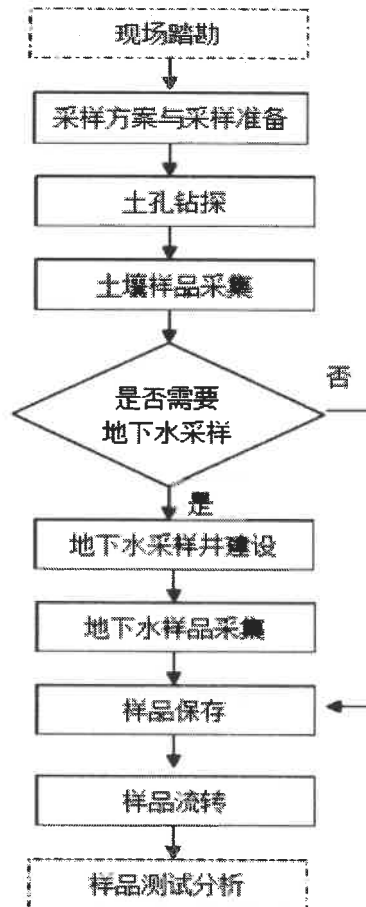


图 2 样品采集、保存、流转工作程序图

## 2、样品运输质量控制

样品采集完成后，由专车送至实验室，并及时冷藏。

样品运输过程中的质量控制内容包括：

- (1) 样品装运前，核对采样标签、样品数量、采样记录等信息，核对无误后方可装车；
- (2) 样品置于 $<4^{\circ}\text{C}$ 冷藏箱保存，运输途中严防样品的损失、混淆和沾污；
- (3) 认真填写样品流转单，写明采样人、采样日期、样品名称、样品状态、检测项目等信息；
- (4) 样品运抵实验室后及时清理核对，无误后及时将样品送入冰箱保存。

## 3、样品流转质量控制

### (1) 装运前核对

样品流转运输保证样品完好并低温保存，采用适当的减震隔离措施，严防样品瓶的破损、混淆或沾污，在保存时限内运送至分析实验室。

由现场采样工作组中样品管理员和质量监督员负责样品装运前的核对，对样

---

品与采样记录单进行逐个核对，按照样品保存要求进行样品保存质量检查，检查无误后分类装箱。样品装运前，填写《样品流转单》，包括采样人、采样时间、样品性状、检测项目和样品数量等信息。水样运输前将容器的外（内）盖盖紧。样品装箱过程中采取一定的分隔措施，以防破损，用泡沫材料填充样品瓶和样品箱之间空隙。

## （2）样品运输

样品流转运输保证样品安全和及时送达，本项目选用小汽车将土壤、地下水样品运送至实验室，同时确保样品在保存时限内能尽快运送至检测实验室。

本项目保证了样品运输过程中低温和避光的条件，采用了适当的减震隔离措施，避免样品在运输和流转过程中损失、污染、变质（变性）或混淆，防止盛样容器破损、混淆或沾污。

## （3）样品接收

样品送达实验室后，由样品管理员进行接收。样品管理员立即检查样品箱是否有破损，按照《样品流转单》清点核实样品数量、样品瓶编号以及破损情况，对样品进行符合性检查，确认无误后在《样品流转单》上签字。本项目样品管理员为熟悉土壤和地下水样品保存、流转的技术要求的专业技术人员。符合性检查包括：样品包装、标识及外观是否完好；样品名称、样品数量是否与原始记录单一致；样品是否损坏或污染。若出现样品瓶缺少、破损或样品瓶标签无法辨识等重大问题，样品管理员应在《样品流转单》中进行标注，并及时与现场项目负责人沟通。

实验室收到样品后，按照《样品流转单》要求，立即安排样品保存和检测。

本项目样品流转过程均符合质控要求，未出现品瓶缺少、破损或样品瓶标签无法辨识等重大问题。

## 4、样品保存质量控制

样品保存包括现场暂存和流转保存两个环节，主要包括以下内容：

1) 根据不同检测项目要求，在采样前向样品瓶中添加一定量的保护剂，在样品瓶标签上标注样品编号、采样时间等信息。

### 2) 样品现场暂存

采样现场配备样品保温箱，内置冰冻蓝冰。样品采集后应立即存放至保温箱内。

### 3) 样品流转保存

样品保存在有冰冻蓝冰的保温箱内运送到实验室, 样品的有效保存时间为从样品采集完成到分析测试结束。含挥发性有机物的土壤样品保存在棕色的样品瓶内。含挥发性有机物的地下水样品要保存在棕色的样品瓶内。

本项目对于易分解或易挥发等不稳定组分的样品采取低温保存的运输方法, 尽快送到实验室分析测试。测试项目需要新鲜样品的土样, 采集后用可密封的聚乙烯或玻璃容器在 4℃ 以下避光保存, 样品充满容器。避免用含有待测组分或对测试有干扰的材料制成的容器盛装保存样品, 测定有机污染物用的土壤样品选用玻璃容器保存。

样品管理员收到样品后, 立即检查样品箱是否有破损, 按照《样品流转单》清点核实样品数量、样品瓶编号以及破损情况。暂未出现样品瓶缺少、破损或样品瓶标签无法辨识等重大问题。

分析取用后的剩余样品, 待测定全部完成数据报出后, 也移交样品库保存。分析取用后的剩余样品一般保留半年。

本项目样品库保持干燥、通风、无阳光直射、无污染; 样品存放于冰箱中, 保证样品在 <4℃ 的温度环境中保存。样品管理员定期查验样品, 防止霉变、鼠害及标签脱落。

综上所述, 本项目现场样品采集过程均符合《土壤环境监测技术规范》(HJ/T 166-2004)、《地下水环境监测技术规范》(HJ/T 164-2004)、《地块土壤和地下水中挥发性有机物采样技术导则》(HJ 1019-2019) 和《地下水质量标准》(GB/T 14848-2017) 中的相关规定。

## 四、实验室检测

### 1、实验室检测概述

为保证和证明检测过程得到有效控制、检测结果准确可靠, 需采取科学、合理、可行的质量控制措施对检测过程予以有效控制和评价, 将各种影响因素所引起的误差控制在允许范围内。本实验室按照《建设用地土壤污染风险管控和修复监测技术导则》(HJ 25.2-2019)、《建设用地土壤污染状况调查技术导则》(HJ25.1-2019)、《土壤环境监测技术规范》(HJ/T 166-2004)、《地下水环境监测技术规范》(HJ/T 164-2004)、《重点行业企业用地调查质量保证与质量控制技术规定(试行)》(环办土壤函[2017]1896号, 环境保护部办公厅 2017

---

年 12 月 7 日印发)及《建设用地土壤污染风险管控标准(试行)》(GB 36600-2018)等标准规范的要求,结合公司质量管理体系的要求,对本项目所有样品进行质量控制。检测质量保证的基础工作包括标准溶液的配制和标定,空白试验、平行样、全程序空白样品、质控样、内标法、标准曲线、天平的检验、仪器的校正、玻璃量器的校验等。

## 2、样品制备和预处理

### 2.1 土壤样品制备

**重金属样品:**将样品置于白色搪瓷盘中,摊成 2~3cm 的薄层,在通风无阳光直射处自然风干,并不时进行样品翻动,挑去土壤样品中的石块、草根等明显非样品的东西。风干后,用木锤将全部样品敲碎,并用 20 目尼龙筛进行过滤、混匀,分取 10g 20 目样品进行 pH 测试,剩余样品再分取 150g 进行充分研磨,过 100 目并混匀后分 2 份,其中测 As、Hg 的样品装入带有内塞的聚乙烯塑料瓶中,另一份直接装入牛皮纸袋供检测用,其余样品当留样保存。质量检查人员每天在已加工好的样品中随机抽取 3% 的样品,从中分出 5g 过筛检查,过筛率大于 95%,合格后送实验室分析检测,不合格者全部返工。

**VOCs 样品:**直接进入吹扫捕集仪,进行上机分析。

**SVOCs 样品:**用新鲜样品进行前处理分析。除去样品中的枝棒、叶片、石子等异物后,木棒碾压、混匀,用四分法缩分所需用量。称取 10~20 g (精确到 0.01 g),加入适量硅藻土,研磨均化成流沙状,混匀备用。其余样品留作副样保存。

注:新鲜土壤样品含水量较高,可采用真空冷冻干燥仪对样品进行脱水,将冷冻后的样品进行充分研磨,均化成 1 mm 左右的细小颗粒。

### 2.2 样品制备质量控制

样品制备过程的质量控制主要在样品风干和样品制样过程中进行,土壤风干室和土壤制样室相互独立,并进行了有效隔离,能够避免相互之间的影响。土壤制样室是在通风、整洁、无扬尘、无易挥发化学物质的房间内进行,且每个制样操作岗位有独立的空间,避免样品之间相互干扰和影响。

制样过程中的质量控制:

- (1) 保持工作室的整洁,整个过程中必须戴一次性防护手套;
- (2) 制样前认真核对样品名称与流转单中名称是否一一对应;

- 
- (3) 人员之间进行互相监督，避免研磨过程中样品散落、飞溅等；
  - (4) 制样工具在每处理一份样品后均进行擦抹（洗）干净，严防交叉污染；
  - (5) 当某个参数所需样品量取完后，及时将样品放回原位，供实验室其它部门使用。

### 3、实验室检测过程

**3.1** 在检测前对检测方法做出确认，实验室检测人员到样品管理员处领取检测样品，并对样品的有效性进行检查，并记录检查结果。本项目对样品有效性的核查结果表明，收到的样品均为有效样品，即样品标签及包装完整，未受运输的影响而产生污染。

**3.2** 实验室检测人员参加样品预处理及仪器检测的全过程，实验中产生的废液和废物分类收集，属于危险废物的送具有资质的单位（宁波市北仑环保固废处置有限公司）处理。

**3.3** 实验室检测人员检查检测环境条件是否符合检测要求，并做好环境监控记录，本项目检测期间环境条件均满足相关标准的要求。

### 4、检测报告编制、审核与批准

**4.1** 检测报告由指定的人员编制、进行审核，授权签字人批准签发。

**4.2** 检测报告的管理按本公司制定的《检测报告管理程序》进行。

### 5、实验室检测质量控制

#### 5.1 分析方法

实验室优先选用《建设用地土壤污染风险管控标准(试行)》(GB 36600-2018)等国家规定的检测方法，其次选用国际标准方法和行业标准，所采用方法均通过 CMA 认可。

CMA 计量认证是根据中华人民共和国计量法的规定，由省级以上人民政府计量行政部门对检测机构的检测能力及可靠性进行的一种全面的认证及评价。这种认证对象是所有对社会出具公正数据的产品质量监督检验机构及其他各类实验室，取得计量认证合格证书的检测机构，允许其在检验报告上使用 CMA 标记；有 CMA 标记的检验报告具有法律效力。

本项目出具的检测报告（编号 XJE20202987、XJE20203427）所包含的检测指标具有 CMA 资质。

本项目检测项目均采用最新检测标准，未采用过期无效标准。本项目检测

---

项目的检出限均满足相应检测标准的要求。

## 5.2 检测仪器设备

为确保检测结果溯源到国家/国际计量基准，保证检测结果准确、有效，本项目主要检测仪器设备均经过检定/校准，仪器设备均符合标准要求。

## 5.3 人员

检测人员严格按标准或作业指导书所规定的程序进行检测，原始记录在检测活动的当时予以记录，检测数据由核校人员进行校对，校核人员具备相应项目的上岗资格。检测人员持证上岗。

## 5.4 实验室内部质量控制

根据《重点行业企业用地调查质量保证与质量控制技术规范（试行）》（环办土壤函[2017]1896号，环境保护部办公厅2017年12月7日印发），本项目实验室内部质量控制包括空白试验、定量校准、精密度控制、准确度控制和分析测试数据记录与审核。

### 5.4.1 空白试验

每批次样品分析时，均进行空白试验。要求方法空白的检测值小于报告限值；本项目所有方法空白的检出限均小于报告限值。

用与采样同批次清洗或新购的采样瓶（广口瓶、吹扫捕集瓶、玻璃瓶等）进行空白试验，空白实验结果小于检出限或未检出时，样品测定结果方有效。检测结果表明，空白试验结果均小于检出限。

本项目实验用水和试剂纯度均符合要求。为了消除试剂和器皿中所含的待测组分和操作过程的沾污，以实验用水代替试剂进行空白试验（试剂空白），然后从试样测定结果中扣除空白值来校正。检测结果表明，试剂空白均低于方法检出限。

挥发性有机物等样品分析时，通常要做全程空白试验，以便了解样品采集与流转过程中可能存在沾污情况。用去离子水代替试样，采用和样品相同的步骤和试剂，制备全程空白溶液，并按与样品相同条件进行测试。每批样品做一组全程空白样，全程空白应低于测定下限（方法检出限的4倍）。本项目共检测1组全程空白，检测结果表明，未出现过程污染。

本项目每批样品均做了1次空白试验，本项目空白样品分析测试结果均低

---

于方法检出限。

#### 5.4.2 定量校准

##### (1) 标准物质

分析仪器校准首先选用有证标准物质。当没有有证标准物质时，也可用纯度较高（一般不低于 98%）、性质稳定的化学试剂直接配制仪器校准用标准溶液。本项目分析仪器校准均选用有证标准物质。

##### (2) 校准曲线

采用校准曲线法进行定量分析时，一般应至少使用 5 个浓度梯度的标准溶液（除空白外），覆盖被测样品的浓度范围，且最低点浓度应接近方法测定下限的水平。分析测试方法有规定时，按分析测试方法的规定进行；分析测试方法无规定时，校准曲线相关系数要求为  $R > 0.999$ 。本项目校准曲线相关系数均大于 **0.999**。

本项目连续进样分析时，每 24h 分析一次校准曲线中间点浓度，其测定值和初始测定值的相对偏差应小于 30%，确认分析仪器校准曲线是否发生显著变化，超过此范围时需要查明原因，重新绘制校准曲线，并重新分析测试该批次全部样品。本项目校准曲线均准确有效。

##### (3) 仪器稳定性检查

本项目每次检测均检查检测仪器设备是否正常完好，其校准状态标识是否有效，并做好相关记录。检测人员均正确操作检测仪器设备，并如实记录检测原始观察数据或现象。本项目检测期间仪器设备均正常完好，校准状态有效，标识清晰，记录完整。

#### 5.4.3 精密度控制

通过平行双样进行精密度控制。每批次样品分析时，每个检测项目（除挥发性有机物外）均做平行双样分析。在每批次分析样品中，每 20 个样品分析 1 个平行样；当批次样品数  $< 5$  时，至少随机抽取 1 个样品进行平行双样分析。

若平行双样测定值（A，B）的相对偏差（RD）在允许范围内，则该平行双样的精密度控制为合格，否则为不合格。平行双样分析测试合格率要求应达到 95%。当合格率小于 95% 时，应查明产生不合格结果的原因，采取适当的纠正和预防措施。除对不合格结果重新分析测试外，应再增加 5%~15% 的平行双样分析比例，直至总合格率达到 95%。

---

本项目土壤、地下水中理化指标、挥发性有机物和半挥发性有机物用平行样、加标回收、加标平行样实施质控，替代物加标全样品覆盖。

#### 5.4.4 准确度控制

##### (1) 使用有证标准物质

当具备与被测样品基本相同或类似的有证标准物质时，应在每批样品分析时同步插入有证标准物质样品进行测定。当批分析样品数 $\geq 20$ 个时，按样品数 5% 比例插入标准物质样品；当批分析样品数 $< 20$ 个时，应至少插入 1 个标准物质样品。当测定有证标准物质样品的结果落在保证值范围内时，可判定该批样品分析测试准确度合格，但若不能落在保证值范围内则判定为不合格，应查明其原因，并对该批样品和该标准物质重新测定核查。

对有证标准物质样品分析测试合格率要求应达到 100%。当出现不合格结果时，应查明其原因，采取适当的纠正和预防措施，并对该标准物质样品及与之关联的详查送检样品重新进行分析测试。

土壤标准样品是直接用地壤样品或模拟土壤样品制得的一种固体物质，土壤标准样品具有良好的均匀性、稳定性和长期的可保持性。土壤标准物质可用于分析方法的验证和标准化，校正并标定分析测试仪器，评定测定方法的准确度和测试人员的技术水平，进行质量保证工作，实现各实验室内及实验室间，行业之间、国家之间数据可比性和一致性。

##### (2) 加标回收率

除土壤重金属指标外，没有合适的土壤或地下水有证标准物质或质控样品，本项目采用加标回收率试验来对准确度进行控制。

加标率：每批次同类型分析样品中，随机抽取 10%~20% 的样品进行加标回收率试验。当批次分析样品数不足 10 个时，每批同类型试样中应至少随机抽取 1 个样品进行加标回收率试验。

加标量：加标量视被测组分含量而定，含量高的加入被测组分含量的 0.5~1.0 倍，含量低的加 2~3 倍，但加标后被测组分的总量不得超出方法的测定上限。加标浓度宜高，体积应小，不应超过原试样体积的 1%，否则需进行体积校正。

此外，在进行有机污染物样品分析时，进行替代物加标回收率试验。基体加标和替代物加标回收率试验应在样品前处理之前加标，加标样品与试样应在相同的前处理和分析条件下进行分析测试。



---

基体加标：在空白样品和实际样品中加入已知量的标样，空白样品的加标浓度是方法检出限的 3~10 倍，实际样品的加标浓度是样品浓度的 1~3 倍，根据标准的要求通过回收率判定质控是否合格。若基体加标回收率在规定的允许范围内，则该加标回收率试验样品的准确度控制为合格，否则为不合格。对基体加标回收率试验结果合格率的要求应达到 100%。当出现不合格结果时，应查明其原因，采取适当的纠正和预防措施，并对该批次样品重新进行分析测试。

合格要求：加标回收率应在加标回收率允许范围之内。当加标回收合格率小于 70%时，对不合格者重新进行回收率的测定，并另增加 10%~20%的试样作加标回收率测定，直至总合格率大于或等于 70%。

#### 5.4.5 分析测试数据记录与审核

(1) 实验室应保证分析测试数据的完整性，确保全面、客观地反映分析测试结果，不得选择性地舍弃数据，人为干预分析测试结果。

(2) 检测人员应对原始数据和报告数据进行校核。对发现的可疑报告数据，应与样品分析测试原始记录进行校对。

(3) 分析测试原始记录应有检测人员和审核人员的签名。检测人员负责填写原始记录；审核人员应检查数据记录是否完整、抄写或录入计算机时是否有误、数据是否异常等，并考虑以下因素：分析方法、分析条件、数据的有效位数、数据计算和处理过程、法定计量单位和内部质量控制数据等。

(4) 审核人员应对数据的准确性、逻辑性、可比性和合理性进行审核。

## 五、结论

本项目现场采样、现场检测及实验室分析检测均按照《建设用地土壤污染风险管控和修复监测技术导则》（HJ 25.2-2019）、《建设用地土壤污染状况调查技术导则》（HJ25.1-2019）、《地下水环境监测技术规范》（HJ/T 164-2004）、《地下水质量标准》（GB/T 14848-2017）、《地块土壤和地下水中挥发性有机物采样技术导则》（HJ 1019-2019）、《土壤环境监测技术规范》（HJ/T 166-2004）、《建设用地土壤污染风险管控标准（试行）》（GB 36600-2018）及重点行业企业用地调查样品采集保存和流转技术规定(试行)》、《重点行业企业用地调查质量保证与质量控制技术规定（试行）》（环办土壤函[2017]1896号，环境保护部办公厅 2017 年 12 月 7 日印发）等标准规范的要求进行。

---

本项目现场采样、现场检测、样品保存、流转、前处理、分析检测、质量控制等均符合相关标准规范的要求，各项检测项目的检测过程及质控措施均符合相应标准规范的要求，因此，本项目检测结果准确、可靠。